

PAT-NO: JP406115903A  
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 06115903 A  
TITLE: WATER-GENERATION METHOD  
PUBN-DATE: April 26, 1994

INVENTOR-INFORMATION:

NAME COUNTRY  
OMI, TADAHIRO

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME COUNTRY  
OMI TADAHIRO N/A

APPL-NO: JP04266383  
APPL-DATE: October 5, 1992

INT-CL (IPC): C01B005/00 , G01N001/00

ABSTRACT:

PURPOSE: To provide an easily maintainable high-response process for generating a large amount of water-containing mixed gas having ultra-high purity of water and accurate water concentration over a wide concentration range from a low concentration of ppt and ppb order to a high concentration of % order.

CONSTITUTION: Water is produced by reacting hydrogen with oxygen. The process comprises a mixed gas production process to produce the 1st mixed gas by mixing hydrogen, oxygen and an inert gas and a water-generation process to generate water by introducing the 1st mixed gas into a reaction tube 105 made of a material having catalytic action to form radicals of hydrogen and oxygen and heating the reaction furnace tube to react the hydrogen with the oxygen existing in the 1st mixed gas.

COPYRIGHT: (C)1994,JPO&Japio

DERWENT-  
ACC-NO: 1994-135420

DERWENT-  
WEEK: 200273

*COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD*

TITLE: Method of generating water on reaction between hydrogen@ and oxygen@ -  
comprising heating to form radicals which react to form water

INVENTOR: OHMI, T

PATENT-ASSIGNEE: OHMI, T OHMI T[OHMII] , OMI T[OMITI]

PRIORITY-DATA: 1992JP-0266383 (October 5, 1992)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 3331636 B2	October 7, 2002	N/A	008	C01B 005/00C01B 005/00C01B 005
WO 9407795 A1	April 14, 1994	J	024	/00C01B 005/00C01B 005/00
JP 06115903 A	April 26, 1994	N/A	007	
EP 666237 A1	August 9, 1995	E	017	
EP 666237 A4	October 18, 1995	N/A	000	

DESIGNATED-  
STATES: CA KR US AT BE CH DE DK ES FR GB GR IE IT LU MC NL PT SE CH  
DE FR GB IT LI NL

CITED-  
DOCUMENTS: JP 60087857; JP 61197404 ; DE 2736343 ; DE 2831287 ; EP 303144 ; US  
4302419

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
JP 3331636B2	N/A	1992JP-0266383	October 5, 1992
JP 3331636B2	Previous Publ.	JP 6115903	N/A
WO 9407795A1	N/A	1993WO-JP01430	October 5, 1993
JP 06115903A	N/A	1992JP-0266383	October 5, 1992
EP 666237A1	N/A	1993EP-0921117	October 5, 1993
EP 666237A1	N/A	1993WO-JP01430	October 5, 1993
EP 666237A1	Based on	WO 9407795	N/A
EP 666237A4	N/A	1993EP-0921117	N/A

INT-CL (IPC): C01B005/00, G01N001/00

ABSTRACTED-PUB-NO: WO 9407795A

## BASIC-ABSTRACT:

A method of generating water on reaction between hydrogen and oxygen consisting of the steps of generating a first mixed gas by mixing hydrogen, oxygen and an inert gas, and generating water by introducing the first mixed gas into a reaction tube, which is formed out of a material having a catalytic action capable of turning hydrogen and oxygen into radicals, and heating the interior of the reaction tube so as to cause a reaction between the hydrogen and oxygen contained in the first gas and produce water.

ADVANTAGE - A water generating method which is capable of providing a large quantity of water-mixed gas having an accurate concentration of water in a wide range from a low level of the order of ppt and ppb to a high level of the order of percentage, and a super-high cleanness, and which is quick to respond and simple to maintain.

CHOSEN-  
DRAWING: Dwg.0/16

TITLE-TERMS: METHOD GENERATE WATER REACT HYDROGEN@ OXYGEN@  
COMPRISE HEAT FORM RADICAL REACT FORM WATER

DERWENT-CLASS: E36

CPI-CODES: E31-A05;  
CHEMICAL-  
CODES: Chemical Indexing M3 \*01\* Fragmentation Code M424 M720 M740 M903  
M904

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1994-062607



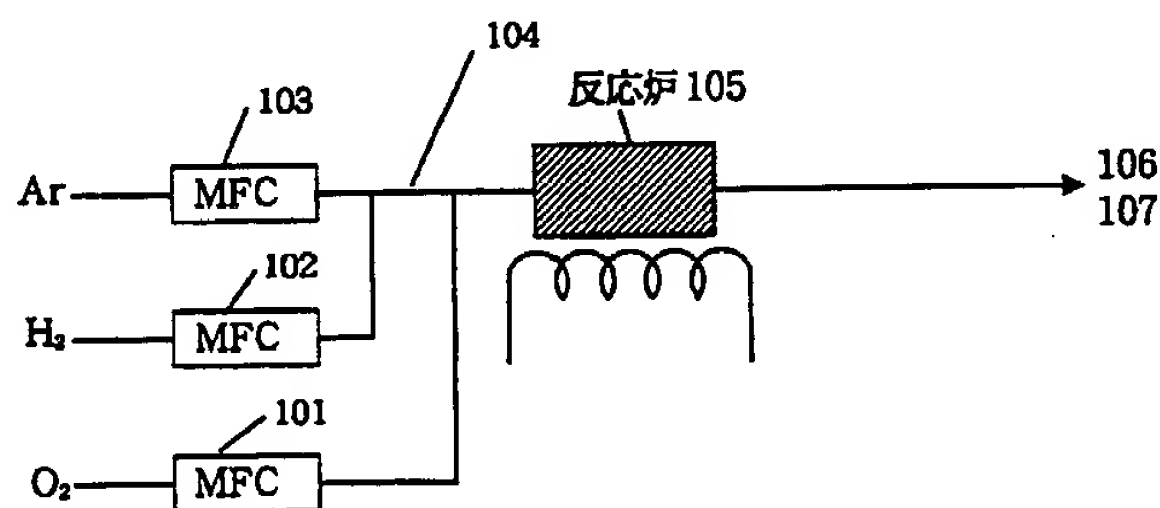
## 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(51) 国際特許分類 5 <b>C01B 5/00</b>	A1	(11) 国際公開番号 <b>WO 94/07795</b>  (43) 国際公開日 1994年4月14日 (14.04.1994)																																																
<table border="0"> <tr> <td>(21) 国際出願番号</td> <td colspan="2">PCT/JP93/01430</td> </tr> <tr> <td>(22) 国際出願日</td> <td colspan="2">1993年10月5日 (05. 10. 93)</td> </tr> <tr> <td>(30) 優先権データ</td> <td colspan="2"></td> </tr> <tr> <td>特願平4/266383</td> <td>1992年10月5日 (05. 10. 92)</td> <td>JP</td> </tr> <tr> <td colspan="3">(71) 出願人; および</td> </tr> <tr> <td colspan="3">(72) 発明者</td> </tr> <tr> <td colspan="3">大見忠弘 (OHMI, Tadahiro) (JP/JP)</td> </tr> <tr> <td colspan="3">〒980 宮城県仙台市青葉区米ヶ袋2丁目1番17号301</td> </tr> <tr> <td colspan="3">Miyagi, (JP)</td> </tr> <tr> <td colspan="3">(74) 代理人</td> </tr> <tr> <td colspan="3">弁理士 福森久夫 (FUKUMORI, Hisao)</td> </tr> <tr> <td colspan="3">〒160 東京都新宿区本塩町12 Tokyo, (JP)</td> </tr> <tr> <td colspan="3">(81) 指定国</td> </tr> <tr> <td colspan="3">CA, KR, US, 欧州特許 (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE) .</td> </tr> <tr> <td colspan="3">添付公開書類</td> </tr> <tr> <td colspan="3">国際調査報告書</td> </tr> </table>			(21) 国際出願番号	PCT/JP93/01430		(22) 国際出願日	1993年10月5日 (05. 10. 93)		(30) 優先権データ			特願平4/266383	1992年10月5日 (05. 10. 92)	JP	(71) 出願人; および			(72) 発明者			大見忠弘 (OHMI, Tadahiro) (JP/JP)			〒980 宮城県仙台市青葉区米ヶ袋2丁目1番17号301			Miyagi, (JP)			(74) 代理人			弁理士 福森久夫 (FUKUMORI, Hisao)			〒160 東京都新宿区本塩町12 Tokyo, (JP)			(81) 指定国			CA, KR, US, 欧州特許 (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE) .			添付公開書類			国際調査報告書		
(21) 国際出願番号	PCT/JP93/01430																																																	
(22) 国際出願日	1993年10月5日 (05. 10. 93)																																																	
(30) 優先権データ																																																		
特願平4/266383	1992年10月5日 (05. 10. 92)	JP																																																
(71) 出願人; および																																																		
(72) 発明者																																																		
大見忠弘 (OHMI, Tadahiro) (JP/JP)																																																		
〒980 宮城県仙台市青葉区米ヶ袋2丁目1番17号301																																																		
Miyagi, (JP)																																																		
(74) 代理人																																																		
弁理士 福森久夫 (FUKUMORI, Hisao)																																																		
〒160 東京都新宿区本塩町12 Tokyo, (JP)																																																		
(81) 指定国																																																		
CA, KR, US, 欧州特許 (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE) .																																																		
添付公開書類																																																		
国際調査報告書																																																		

(54) Title : WATER GENERATING METHOD

(54) 発明の名称 水分発生方法

105 ... reaction furnace



## (57) Abstract

A water generating method which is capable of providing a large quantity of water-mixed gas having an accurate concentration of water in a wide range from a low level of the order of ppt and ppb to a high level of the order of percentage, and a super-high cleanness, and which is quick to respond and simple to maintain. A method of generating water on reaction between hydrogen and oxygen consisting of the steps of generating a first mixed gas by mixing hydrogen, oxygen and an inert gas, and generating water by introducing the first mixed gas into a reaction tube, which is formed out of a material having a catalytic action capable of turning hydrogen and oxygen into radicals, and heating the interior of the reaction tube so as to cause a reaction between the hydrogen and oxygen contained in the first gas and produce water.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.  
PCT/JP93/01430

<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> Int. Cl <sup>5</sup> C01B5/00 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
<b>B. FIELDS SEARCHED</b> Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) Int. Cl <sup>5</sup> C01B5/00  Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Jitsuyo Shinan Koho 1926 - 1993 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971 - 1993  Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP, A, 61-197404 (Nippon Sanso K.K.), September 1, 1986 (01. 09. 86), (Family: none)	1-5
Y	JP, A, 60-87857 (The Kansai Coke and Chemicals Co., Ltd.), May 17, 1985 (17. 05. 85), (Family: none)	1-4
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> See patent family annex.		
<p>* Special categories of cited documents:</p> <p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier document but published on or after the international filing date</p> <p>"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p> <p>"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</p> <p>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art</p> <p>"&amp;" document member of the same patent family</p>		
Date of the actual completion of the international search December 3, 1993 (03. 12. 93)		Date of mailing of the international search report December 21, 1993 (21. 12. 93)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office Facsimile No.		Authorized officer  Telephone No.

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (July 1992)

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-115903

(43)公開日 平成6年(1994)4月26日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 1 B 5/00	A			
G 0 1 N 1/00	1 0 2 C	7519-2J		

審査請求 未請求 請求項の数5(全7頁)

(21)出願番号 特願平4-266383

(22)出願日 平成4年(1992)10月5日

(71)出願人 000205041

大見 忠弘

宮城県仙台市青葉区米ヶ袋2-1-17-301

(72)発明者 大見 忠弘

宮城県仙台市青葉区米ヶ袋2の1の17の301

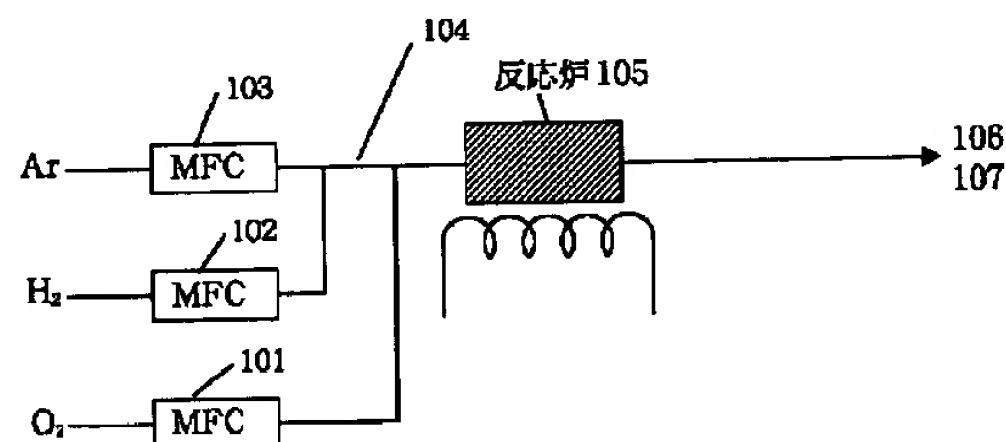
(74)代理人 弁理士 福森 久夫

(54)【発明の名称】 水分発生方法

(57)【要約】

【目的】 ppt、ppbの低濃度から%オーダーの高濃度まで広い範囲でかつ多量の正確な濃度でかつの超高清浄度の水分の混合ガスが得られ、さらに、応答性が速く、保守も簡単な水分発生方法を提供することを目的とする。

【構成】 水素と酸素を反応させ水分を発生させる方法において、水素、酸素およびイナートガスを混合し第一の混合ガスを作製する混合ガス作製工程と、水素および酸素をラジカル化し得る触媒作用を有する材料で構成された反応管内に該第一の混合ガスを導入するとともに該反応炉管内を加熱することにより該第一の混合ガスに含まれる水素と酸素を反応させ水を発生させる水分発生工程とからなることを特徴とする。





## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 水素と酸素を反応させ水分を発生させる方法において、水素、酸素およびイナートガスを混合し第一の混合ガスを作製する混合ガス作製工程と、水素および酸素をラジカル化し得る触媒作用を有する材料で構成された反応管内に該第一の混合ガスを導入するとともに該反応管内を加熱することにより該第一の混合ガスに含まれる水素と酸素を反応させ水を発生させる水分発生工程とからなることを特徴とする水分発生方法。

【請求項2】 水分発生工程は、50℃～500℃で行うことを特徴とする請求項1記載の水分発生方法。

【請求項3】 水分発生工程は、300～500℃で行うことを特徴とする請求項2記載の水分発生方法。

【請求項4】 反応管内に、触媒作用を有する材料を充填したことを特徴とする請求項1乃至請求項3のいずれか1項に記載の水分発生方法。

【請求項5】 混合ガス作製工程において、水素と酸素濃度の比率を任意に制御した混合ガスを作製し、さらに、水分発生工程において、完全に水素と酸素の反応を起こさせることにより、任意の水分濃度を含んだ混合ガスを発生させることを特徴とする請求項1乃至請求項4のいずれか1項に記載の水分発生方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、水分の発生方法に関する。

## 【0002】

## 【従来の技術】

(1) ディフュージョンチューブ(拡散)式水分発生方法

水分子が透過する樹脂管の内部に水を導入しておき、任意の温度において水分子がその樹脂膜を外部に向かって透過してくる速度が一定であることを利用し、拡散してくる水分をディフュージョンチューブの外側に流れているイナートガスに混入させ、水分を発生させる方法である。水分濃度のコントロールは、ディフュージョンチューブの温度とイナートガスの流量によって決定される。図13に装置の概略図を示す。

【0003】(2) 水の蒸気圧を利用した水分発生方法  
水の入った密閉容器(外気と遮断)を任意の温度に恒温しておき、その容器の気相部あるいは水中にイナートガスを通ガスさせ、任意の温度での水の蒸気圧に相当する水分の含んだイナートガスを得る方法である。水分濃度のコントロールは密閉容器内の温度(蒸気圧)によって決定される。図14に装置の概略図を示す。

【0004】(3) ボンベに充填された標準ガスを希釈する水分発生方法

ボンベに充填された水分の標準ガスをイナートガスで任意の希釈率で希釈し、任意の濃度の水分を発生する方法。図15に装置の概略図を示す。

【0005】(4) 石英炉の中で700℃以上の温度で水素と酸素ガスを燃焼させ水分を発生させる方法。図16に装置の概略図を示す。

【0006】しかし、上記従来技術には、次のような問題点がある。

【0007】(a)(1)の技術は超高純度な水分の混合ガスが得られない。ディフュージョンチューブから炭化水素系の不純物の混入が起こるため。

【0008】(b)(1)の技術はppb、pptレベルの低濃度の水分濃度がコントロールできない。ディフュージョンチューブからの放出水分がppbレベルで常に発生するため。

【0009】(c)(1)の技術は水分濃度の応答性が悪い。

【0010】(d)(1)の技術は水分濃度の信頼性が低い。ディフュージョンチューブの経時変化が生じるため。

【0011】(e)(1)(2)の技術は保守、取扱いが難しい。正確な温度コントロールが必要なため。

【0012】(f)(2)の技術は装置の立ち上げに長時間を要する。

【0013】(g)(2)の技術は水分濃度の信頼性が低い。

【0014】(h)(2)の技術は校正に長時間を要する。

【0015】(i)(3)の技術は水分濃度の信頼性が低い。(正確な水分濃度の標準ガスがない)

(j)(3)の技術は高濃度および多量の水分の発生が困難。

30 【0016】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、ppt、ppbの低濃度から%オーダーの高濃度まで広い範囲でかつ多量の正確な濃度でかつの超高清浄度の水分の混合ガスが得られ、さらに、応答性が速く、保守も簡単な水分発生方法を提供することを目的とする。

## 【0017】

【課題を解決するための手段】本発明の水分発生方法は、水素と酸素を反応させ水分を発生させる方法において、水素、酸素およびイナートガスを混合し混合ガスを作製する混合ガス作製工程と、触媒作用を有する材料で構成され、かつ加熱された反応管内において混合ガスに含まれる水素と酸素を反応させ水を発生させる水分発生工程とからなることを特徴とする。

## 【0018】

【作用】本発明では、水素と酸素を反応させる反応管内に、反応を低温化する触媒材料を使用したため、反応温度が低温化し、その結果、低温で水分発生が可能となる。したがって、水素、酸素、イナートガスの混合ガスを加熱された反応管に供給した場合、反応管内において500℃以下の温度で完全に水素と酸素が反応するた

め、従来と比較し低温で水分を含んだガスが得られる。反応温度も水素と酸素が完全に反応する温度以上であればよく、正確な温度調節は不要である。

【0019】さらに、水素濃度と酸素濃度を正確に調整した混合ガスを反応管に供給した場合、反応管内においては水素と酸素は完全反応を起こすため、正確な水分を含んだ標準水分ガスを得ることも可能である。

【0020】またこの時、接ガス部からプラスチック材料を全て排除し、金属材料のみを使用し、さらに金属表面に対して不動態化処理を施した場合、表面からの放出ガス（水分、ハイドロカーボンなど）が極めて少ないため、より高純度な水分をより高い精度でかつ広範囲（ppb～%）の濃度で発生させることが可能となる。かかる不動態化処理としては、例えば、電解研磨あるいは電解複合研磨を施したSUS316Lを、不純物濃度が数ppb以下の酸化性あるいは弱酸化性雰囲気中で熱処理することにより行えばよい（例えば、特願昭63-5389号、PCT/JP92/699号、特願平4-164377号）。

【0021】特に注目すべき点は、かかる不動態膜は、その表面からの水分放出量が極めて少ないということのほか、その表面自体が水素および酸素をラジカル化し得る作用を有しているということである。従って、かかる不動態膜を内表面に有する反応管を用いることが高精度で水分を発生させる上で極めて有効である。このように、母材自体ではなく、その表面に形成された母材元素との酸化物が水素あるいは酸素をラジカル化し得る触媒作用を有しているということは容易には理解しがたい驚くべきことであり、本発明では、表面からの水分の放出量が少ないという特性と、触媒作用を有するという特性を巧みに利用したものでもある。

【0022】水分濃度のキャリブレーションを行う場合、水素あるいは酸素濃度により発生する水分濃度が決定されるため、水素と酸素ガスの流量確認のみでよく、短時間で簡単に行える。さらに、ガス滞留部が極めて小さいので、応答速度が極めて速く、任意の濃度の水分を供給することが可能である。

【0023】

【実施例】以下に実施例を示して本発明をさらに詳しく説明する。

【0024】（実施例1）本実施例は、酸素、水素、アルゴン3種類の混合ガスを用いて、任意の水分濃度を発生させる場合であり、装置概略図を図1に示す。図1に示すように、酸素ガスの流量をマスフローコントローラー（MFC）101、水素ガスの流量をマスフローコントローラー102、アルゴンガスの流量をマスフローコントローラー103でそれぞれ制御し、3種類のガスを混合する混合配管104を通し、反応炉105に導入した。反応炉105において水素、酸素を反応させ任意の水分を含んだ水素、アルゴンの混合ガスを発生させた。

反応炉105として径1/4"、長さ2mのSUS316Lステンレス配管（内表面は電解研磨）を使用し、ステンレス配管表面の触媒作用を利用し、反応の低温化を実現した。

【0025】水素ガスとアルゴンガスの流量をマスフローコントローラー102と103を用いて、それぞれ50cc/minと450cc/minに固定しておき、酸素ガスの流量のみマスフローコントローラー101を用いて0.1～10cc/minの範囲で変化させ、3種類の混合ガスを反応炉に導入し、反応炉から流出してくる水素、アルゴン混合ガス中に含まれる水分濃度および酸素濃度を光学露点計（水分濃度計）106およびガルバニ電池式酸素計107で計測した。使用した水素、酸素およびイナートガスは、いずれも不純物濃度が1ppb以下の高純度ガスを使用した。反応炉105の温度は全長にわたり300℃に保持した。

【0026】計測結果を図2、3に示す。図2の横軸は水素、酸素、アルゴンの混合ガス中の酸素濃度を示し、縦軸は反応炉105から流出してくるガスの水分濃度を示す。図3の横軸は反応炉105に供給されるガス中の酸素濃度、縦軸は反応炉105から流出してくる酸素濃度を示す。図2の結果より反応炉から流出してくるガス中には、反応炉105に供給される酸素濃度に対し2倍の濃度の水分が検出されていることがわかる。水分発生濃度は100ppb～2%の範囲である。

【0027】図3は、反応炉105に供給される酸素濃度がどのような濃度であっても、反応炉105から流出してくるガス中には、酸素は全く検出されていないことを示している。つまり、反応炉内で水素と酸素が完全反応を起こし、反応炉105に供給される酸素濃度に依存し、水分が発生することがわかる。

【0028】このことから、本実施例において、反応炉105に供給する酸素濃度をマスフローコントローラー101を用いて調整することにより、超高純度の任意の水分濃度を含む混合ガスの発生が可能であることがわかった。

【0029】ただし、本実施例において反応炉105の温度を300℃としたが100℃においても前記と同様の結果が得られ、反応炉105にステンレス材料を用いた場合、反応炉105の温度は100℃～500℃の範囲内が適していることがわかった。

【0030】上記実施例では水素、酸素、アルゴン（イナートガス）ガスは100%の施設配管の超高純度ガスを用いたが、100%濃度のボンベあるいは混合ガスボンベを用いてもよい。

【0031】また、反応炉105の温度を300℃としたが、供給ガス流量、反応管体積（反応時間）、反応温度が密接に関与しており、300℃以下でもよい場合がある。

【0032】さらに、反応炉の材料を本実施例では、S



US316L材を使用した、水素と酸素の反応を低温化する触媒作用を持つ金属であれば何を用いてもよい。例えば、ハステロイ、ニッケル、白金等があげられる。また、反応管全て触媒作用を示す金属を使用しなくてもよく接ガス部表面のみ等反応管の一部に使用していてもよい。

【0033】(実施例2) 本実施例は、水素と酸素ガスの反応開始温度を低温化するために反応炉内に触媒金属を充填した例であり、実施例1の反応炉内に白金繊維の触媒材料を設けた反応炉200を使用した。装置概略図を図4に示す。他の点は実施例1と同様とした。反応炉200の温度が200℃においても水素と酸素が完全反応を起こすことが確認された。

【0034】(実施例3) 本実施例は実施例1の水素ガス供給のマスフローコントローラー前段に希釈装置を設け低濃度の水素ガスの供給を可能とし、発生させる水分濃度を低濃度化する場合の例である。

【0035】低濃度化した場合、配管あるいは反応炉の内壁からの水分の放出が無視できなくなる。特に、配管あるいは反応炉の温度が変化するとその内壁からの水分放出量が変化してしまいうため安定した濃度の水分発生を行うことができない。そこで、本例では水分発生装置全体を恒温槽内に設置し、配管あるいは反応炉の内壁からの水分放出量を一定に保つようにした。装置概略図を図5に示す。

【0036】他の点は実施例1と同様とした。実施例1と同様の評価を行った結果、水素ガスの供給濃度を低濃度化できたため、実施例1の水分発生濃度範囲100ppb~2%に対して10pptから2%の濃度範囲の水分発生が可能であることが確認された。

【0037】また、水分発生装置を任意の温度に恒温する事により2%以上の濃度の水分発生、低濃度の安定した水分発生も可能であることが確認された。

【0038】(実施例4) 本実施例は発生した任意の水分を含んだガスを任意の流量で供給可能とする例であり、概略図を図6に示す。実施例1に用いたものと同様に反応炉400の下流側にマスフローコントローラー401そしてマスフローコントローラー401と反応炉400の間の圧力を一定に保持するために反応炉より流出してくるガスの一部を放出するための放出管402を設けた。

【0039】他の点は実施例1と同様とした。この図6の装置を用いることにより水分を含んだガスの流量をコントロールし任意の流量、任意の水分濃度のガスが供給可能となった。たとえば、マスフローコントローラー401のフルスケールが100cc/minの場合、0.1から100cc/minの範囲で流量コントロールが可能であることが確認された。マスフローコントローラー401のフルスケールが2L/minの場合、2cc/min~2L/minの範囲で流量コントロールが可

能であることが確認された。

【0040】(実施例5) 本実施例は水素濃度を調整することにより、発生する水分濃度を調整する例である。実施例1~4においては、水素濃度を過剰に存在せしめておき、酸素濃度により水分濃度を決定したが、逆に酸素濃度が過剰(本実施例では酸素濃度10%)の状態の中、供給する水素濃度により、反応炉500から流出してくる水分濃度を制御した。それに対し、本例では、反応炉の温度を400℃とした。図7に装置概略図を示す。その評価結果を図8、9に示す。図8の結果より、反応炉500から流出してくるガス中には、反応炉500に供給される水素濃度に対し1倍の濃度の水分が検出されていることがわかる。水分発生濃度は100ppb~1%の範囲である。図9の結果より反応炉500から流出してくるガス中には、反応炉500に供給される水素濃度に依存せず、水素ガスは全く検出されていないことがわかる。つまり、反応炉500内で水素と酸素が完全反応を起こし、反応炉500に供給される水素濃度に依存し、水分が発生することがわかる。

【0041】このことから、本実施例の装置で反応炉500に供給する水素濃度をマスフローコントローラー501を用いてコントロールすることにより、超高清浄の任意の水分濃度を含む混合ガスの発生装置に適用することがわかった。

【0042】また、水素と酸素ガス流量が2対1の比率の場合でも、超高清浄の任意の水分濃度を含む混合ガスの発生装置に適用することが可能であることが確認された。

【0043】(実施例6) 本実施例は、発生した水分を含むガス中に残存する水素ガスあるいは酸素ガスを除去をする例であり、実施例1~5の場合の水素ガスまたは酸素ガスのどちらかが過剰で反応させた場合、生成した水分を含んだガス中に過剰の水素あるいは酸素成分が残留する場合がある。したがって、水素および酸素を選択的に除去可能な精製装置601を反応炉600下流側に設置し、水素あるいは酸素を含まない任意の水分濃度を含んだガスを供給する装置を図10に示す。水素、酸素を含まず、水分のみを含んだガスの発生を確認した。

【0044】(実施例7) 本実施例は、ガスをストップする機能を有した標準水分発生装置の例であり、実施例1~6の装置に対し、ガスを止めたい場合が生ずることを考え、メタル製のストップバルブを設けた標準水分発生装置の概略図を図11に示す。任意の水分の含んだガスが発生したことを確認した。

【0045】(実施例8) 本実施例は、標準水分発生装置の立ち上がりを速くするために標準水分発生装置内をイナートガスでパージしや標準水分発生装置の少なくとも一部をベーキングした例であり、装置構成は図6と同様であり、図12に再掲する。標準水分発生装置を起動させてから30分以内に1ppmの水分が含まれたガス

が安定して発生したことを確認した。

【0046】

【発明の効果】以上説明したように本発明によれば、ppmという低濃度から%という高濃度までの広範囲の水分濃度を含んだガスを超高純度でかつ水分濃度に揺らぎがなく信頼性が極めて高い状態で発生することができ、また、流量も任意に設定可能である。キャリブレーションも流量確認のみでよく、短時間で簡単に行える。さらに、本装置はガス滞留部が極めて小さいので、応答速度が極めて速く、装置の立ち上がりも非常に速いこ

とも特徴としている。

【図面の簡単な説明】

【図1】図1は実施例1に係る標準水分発生装置の概念図である。

【図2】図2は実施例1に係る標準水分発生装置から流出してきたガス中の水分濃度計測結果である。

【図3】図3は実施例1に係る標準水分発生装置から流出してきたガス中の酸素濃度計測結果である。

【図4】図4は実施例2に係る標準水分発生装置の概念図である。

【図5】図5は実施例3に係る標準水分発生装置の概念図である。

【図6】図6は実施例4に係る標準水分発生装置の概念図である。

【図7】図7は実施例5に係る標準水分発生装置の概念図である。

【図8】図8は実施例5に係る標準水分発生装置から流

出してきたガス中の水分濃度計測結果である。

【図9】図9は実施例5に係る標準水分発生装置から流出してきたガス中の水素濃度計測結果である。

【図10】図10は実施例6に係る標準水分発生装置の概念図である。

【図11】図11は実施例7に係る標準水分発生装置の概念図である。

【図12】図12は実施例8に係る標準水分発生装置の概念図である。

【図13】図13は従来を示す概念図である。

【図14】図14は従来例を示す概念図である。

【図15】図15は従来例を示す概念図である。

【図16】図16は従来例を示す概念図である。

【符号の説明】

101 マスフローコントローラー(MFC)、

102 マスフローコントローラー、

103 マスフローコントローラー、

104 混合配管、

105 反応炉、

106 光学露点計(水分濃度計)、

107 ガルバニ電池式酸素計、

200 反応炉、

400 反応炉、

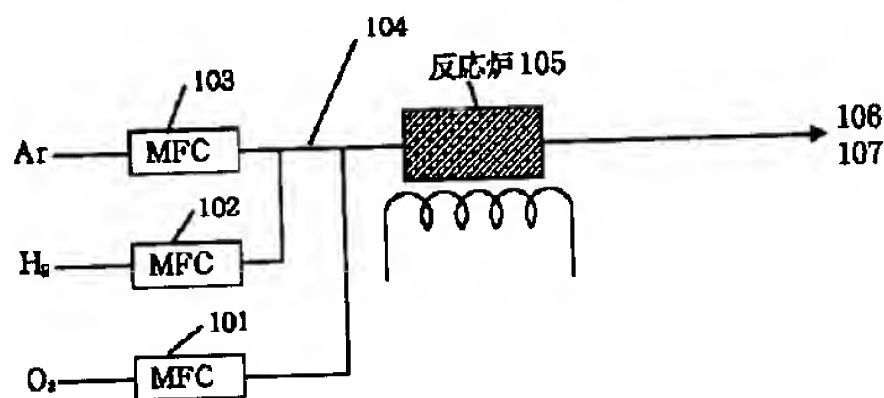
401 マスフローコントローラー、

500 反応炉、

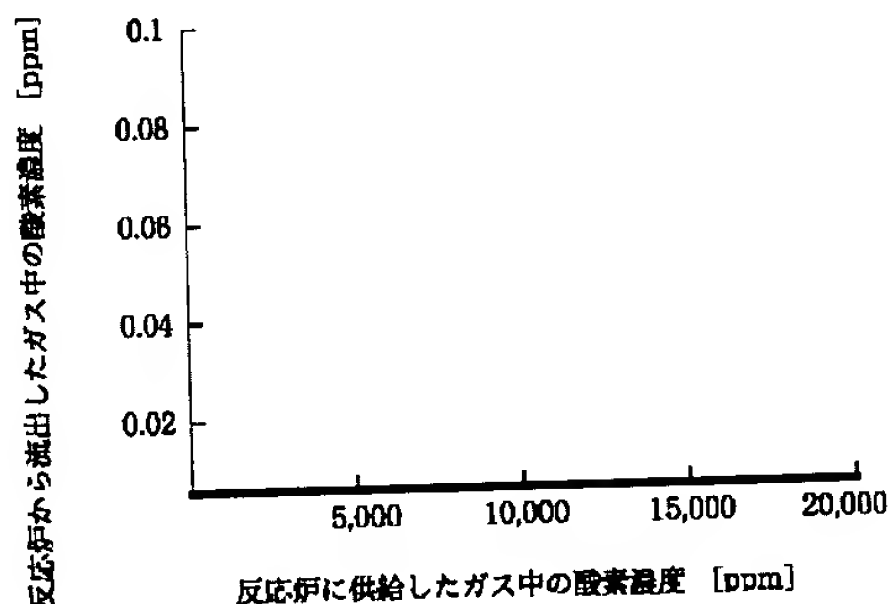
501 マスフローコントローラー、

600 反応炉。

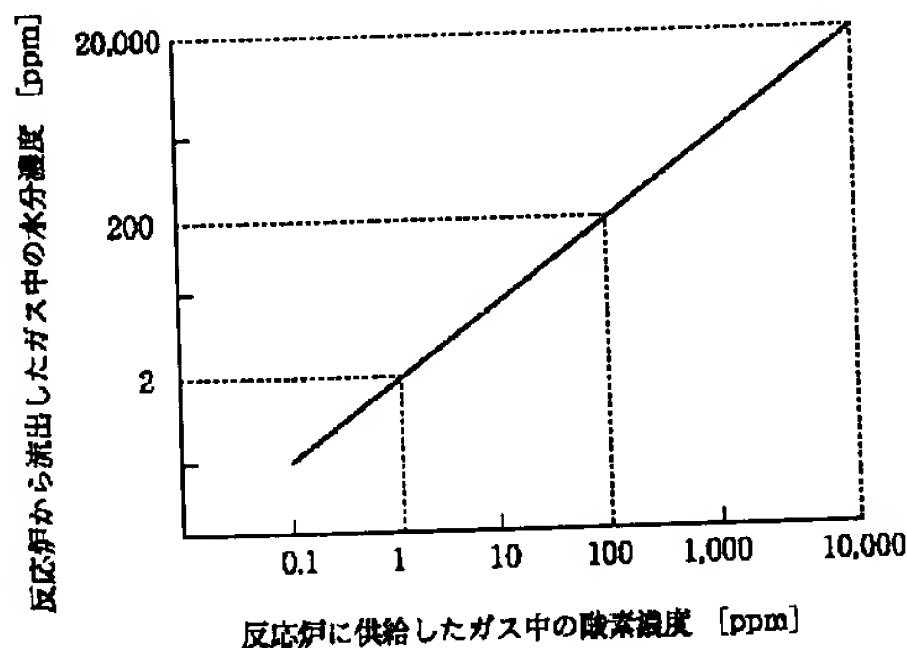
【図1】



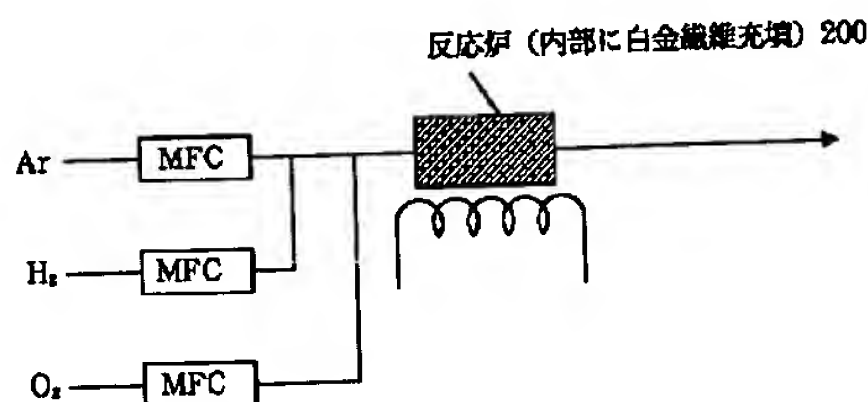
【図3】



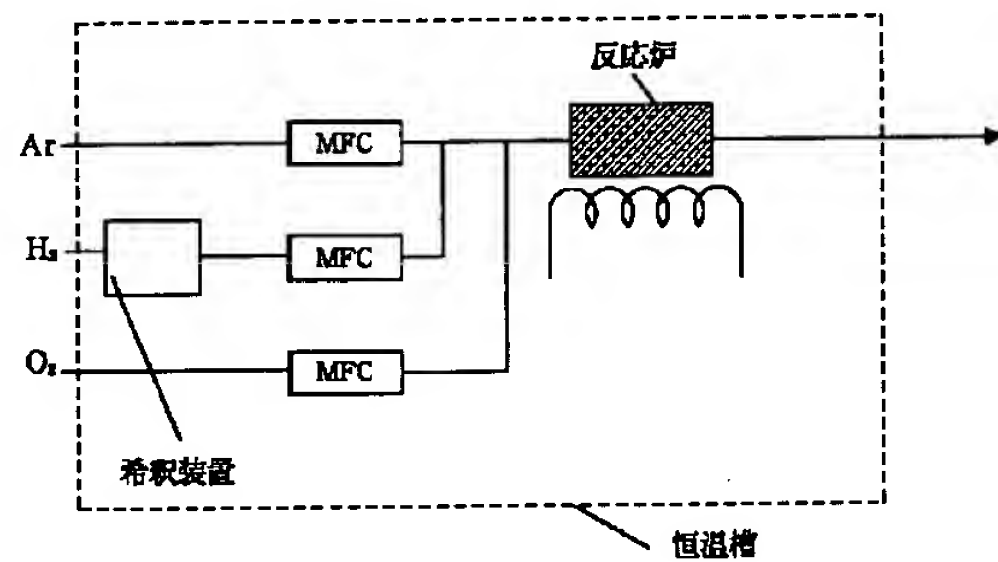
【図2】



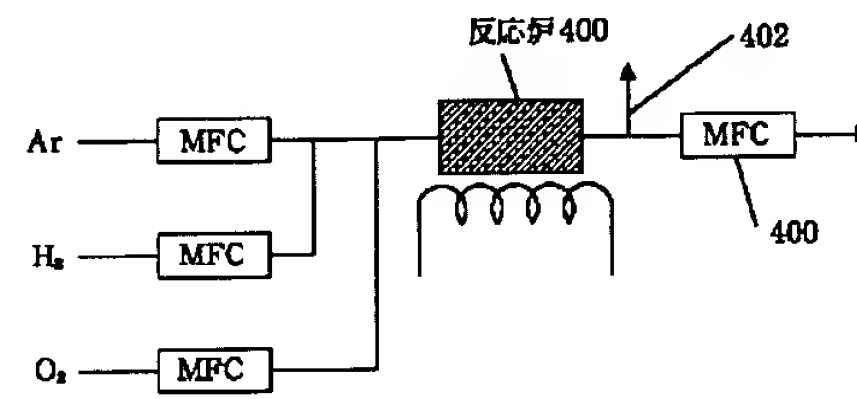
【図4】



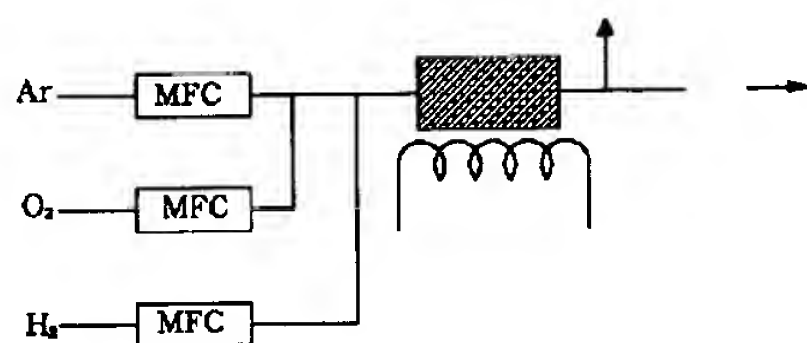
【図5】



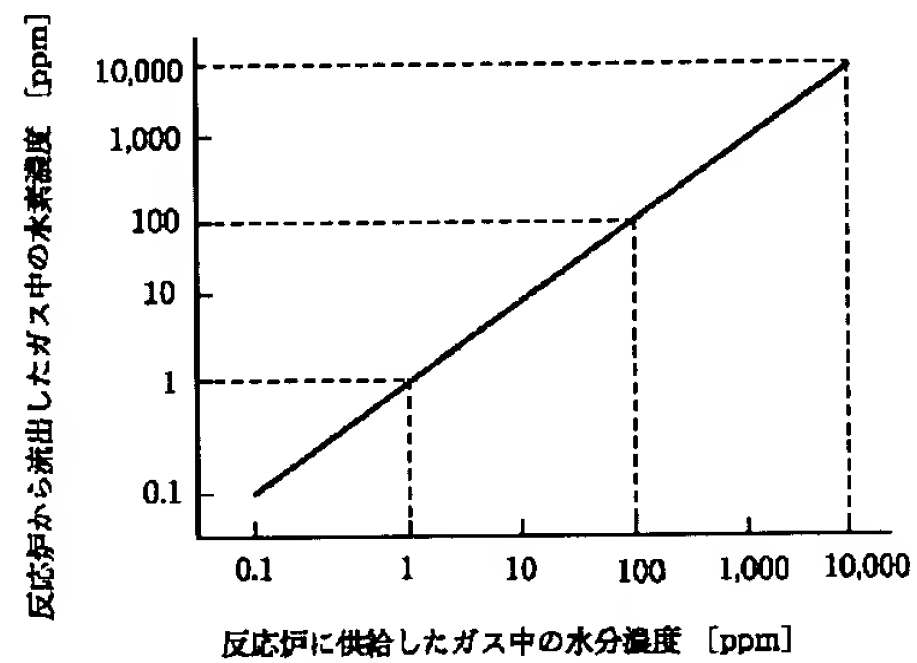
【図6】



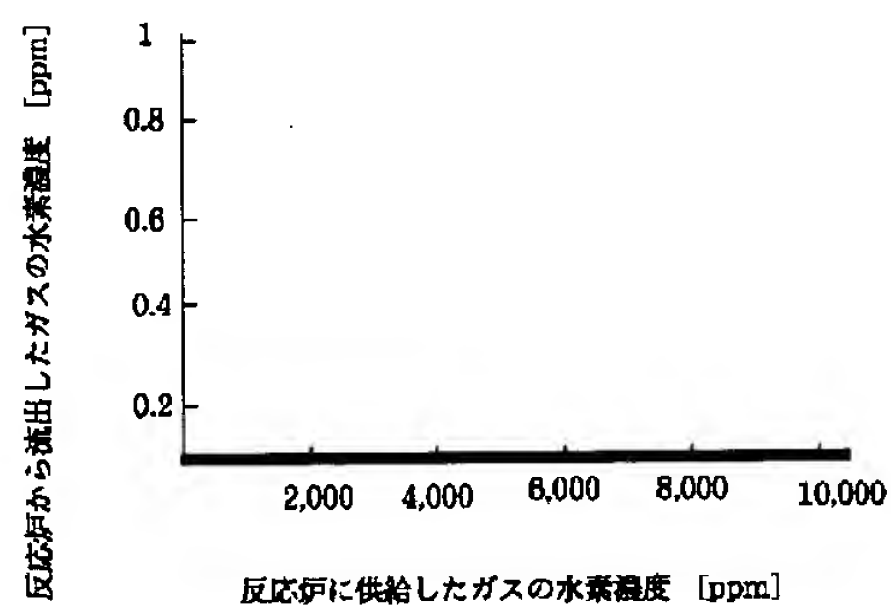
【図7】



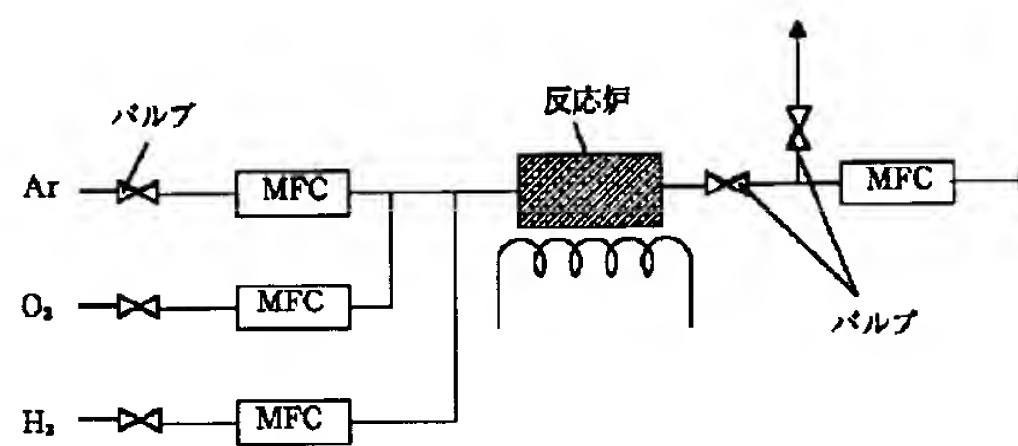
【図8】



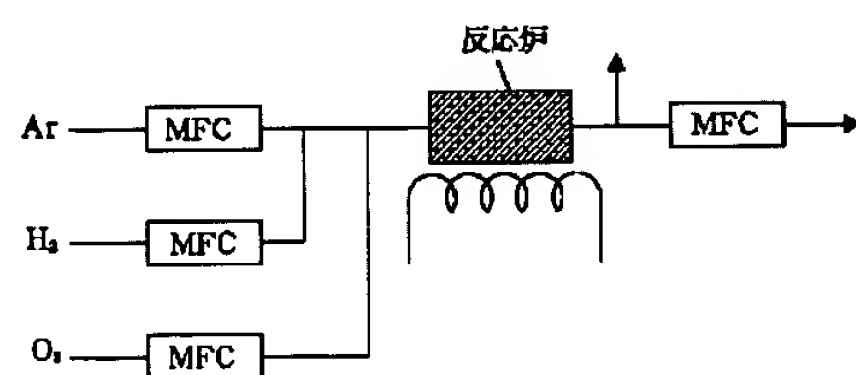
【図9】



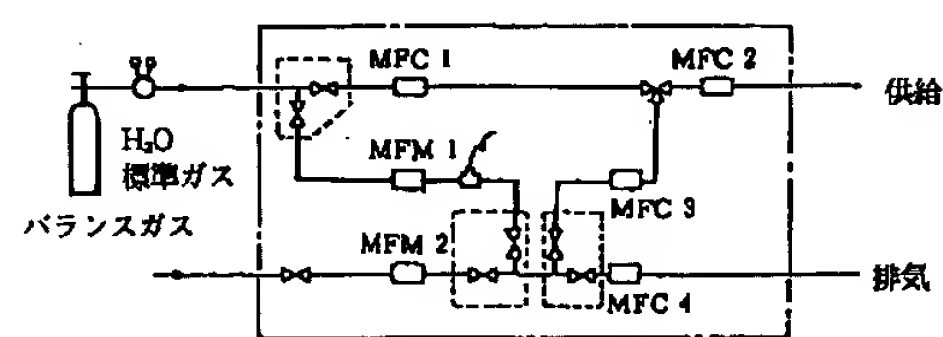
【図11】



【図12】

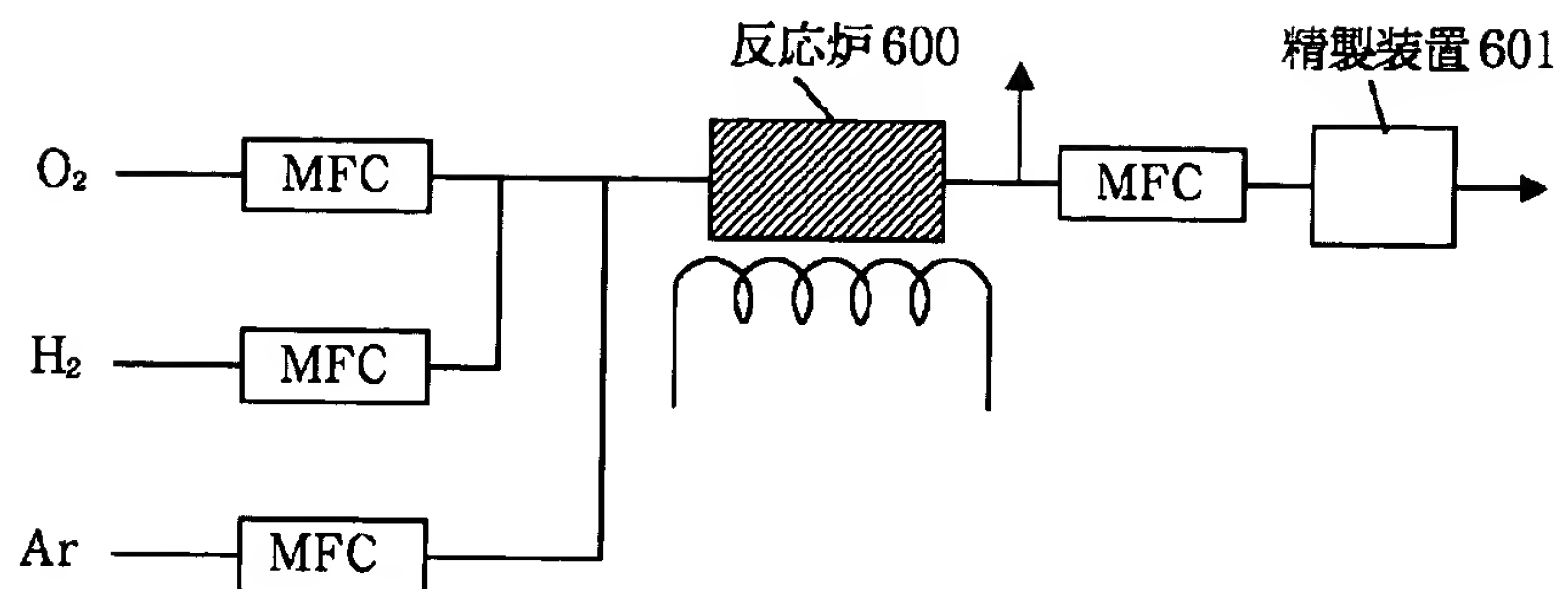


【図15】

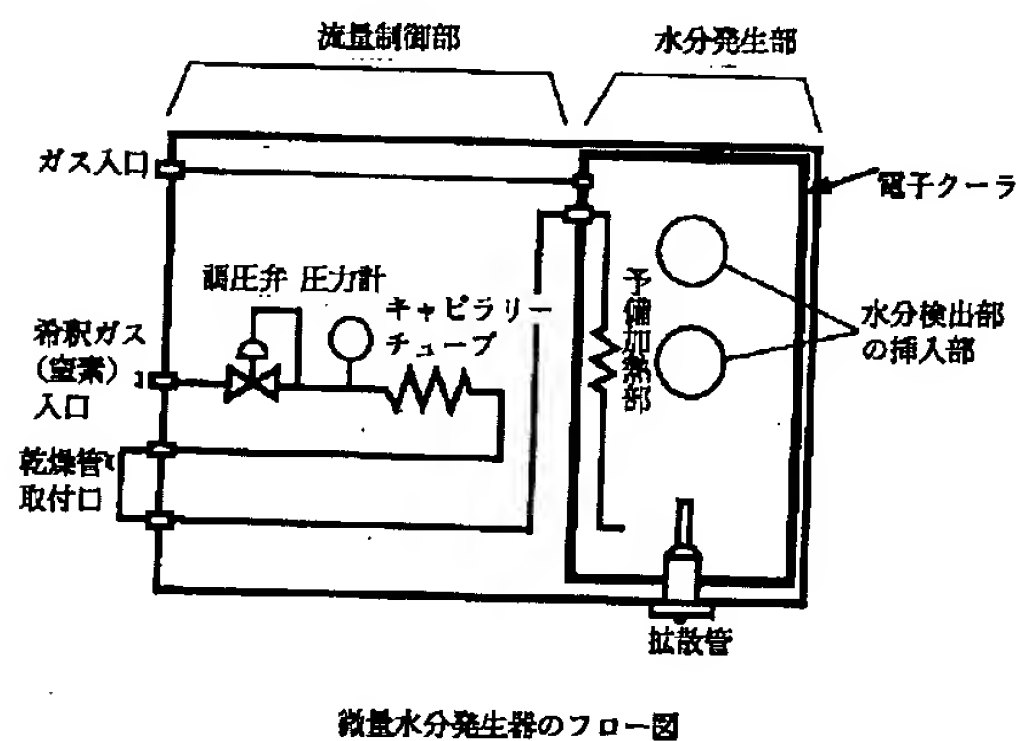


ガス供給システム

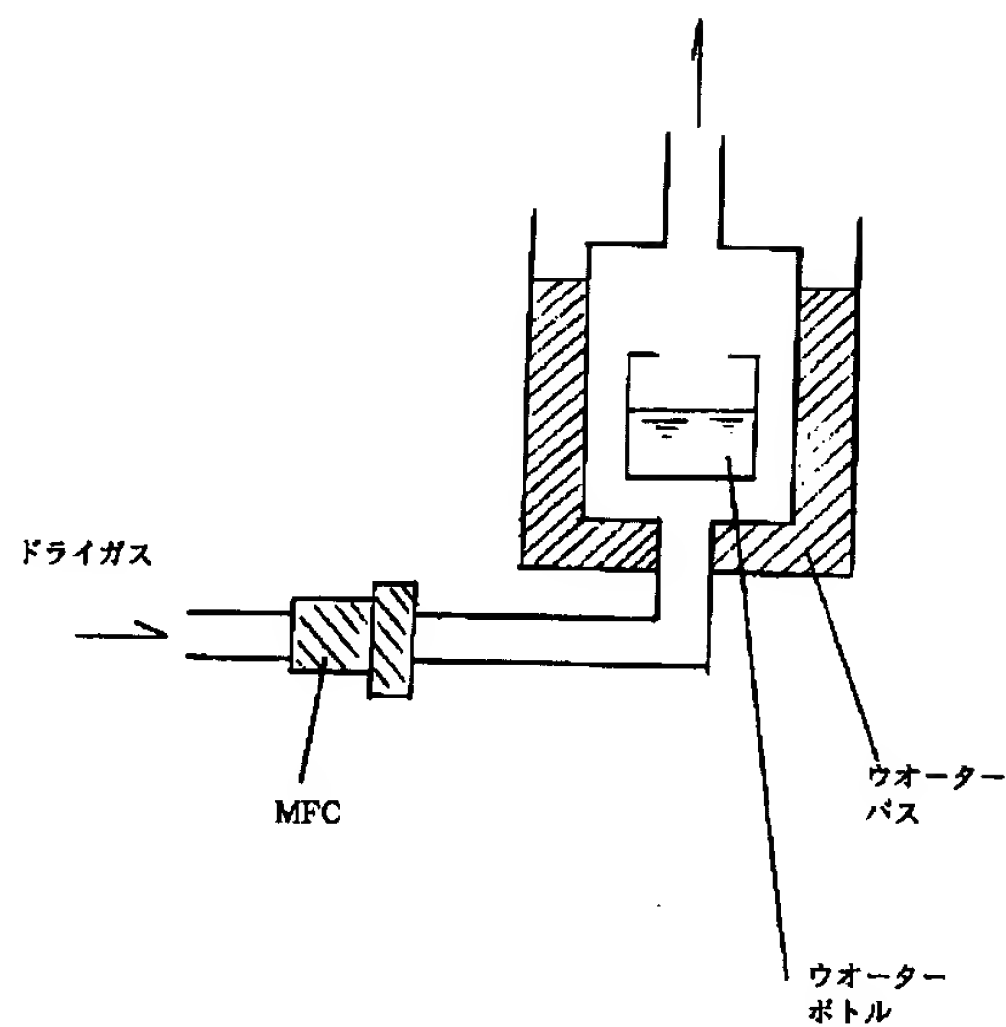
【図10】



【図13】



【図14】



【図16】

